

Verification of Translation

U.S. Patent Application No. 09/621,271

Title of the Invention:

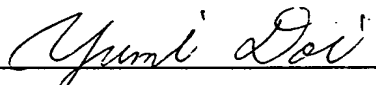
PROCESS FOR PRODUCING ETHYLENE-VINYL ALCOHOL
COPOLYMER RESIN, PROCESS FOR PRODUCING PELLETS
AND RESIN PELLETS

I, Yumi DOI, professional patent translator, whose full post office address is IKEUCHI & SATO Patent Office, Umeda Plaza Building, Suite 401, 3 - 25, Nishitenma 4-Chome, Kitaku, Osaka-shi, Osaka 530-0047, Japan, am the translator of the documents attached and I state that the following is a true translation to the best of my knowledge and belief of JP 49-20615 B.

At Osaka, Japan

DATED this September 27, 2000

Signature of the translator



Yumi DOI



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **55012108 A**(43) Date of publication of application: **28.01.80**

(51) Int. Cl

C08L 29/04**C08K 3/38****// D01F 6/14**(21) Application number: **53083162**(22) Date of filing: **08.07.78**(71) Applicant: **NIPPON SYNTHETIC CHEM IND
CO LTD:THE**(72) Inventor: **IWANAMI TERUO
KUDO TAKEZO
FUJITA YUKIO
TAKITA HIROSHI**(54) **PREPARATION OF FORMED PRODUCT**

(57) Abstract:

PURPOSE: To prepare formed products, e.g. fibers, etc., having excellent qualities while suppressing the twisting and surging of the extruded melt, by compounding a specific melt-formable vinyl alcohol copolymer with a rapidly reacting melt tension improver.

CONSTITUTION: A melt-formable vinyl alcohol copolymer having a melt tension of ≤ 0.2 g at a temperature higher than the melting point by 20° (e.g. copolymer with ethylenesulfonic acid, etc.), is mixed with 0.02W2 wt.% of a rapidly reacting melt tension improver (pref. boric

acid, etc.) as powder, etc. to give a composition having a melt tension of 0.2W2g, and melt formed (pref. extruded) to fibers, etc., preferably after pelletization. The melt tension can be further improved by the melt-mixing in pelletizing.

COPYRIGHT: (C)1980,JPO&Japio

⑪ Int. Cl.³

C 08 L 29/04

C 08 K 3/38

// D 01 F 6/14

識別記号

庁内整理番号

7919-4 J

7016-4 J

6768-4 L

⑬ 公開 昭和55年(1980)1月28日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑭ 成形物の製造法

- ⑯ 特 願 昭53-83162
⑯ 出 願 昭53(1978)7月8日
⑯ 発 明 者 岩波照夫
高槻市牧田町1319
⑯ 発 明 者 工藤武三

- ⑯ 発 明 者 豊中市蜷池南町1丁目21の6
藤田幸男
大津市国分1丁目500の56
⑯ 発 明 者 滝田博
高槻市宮之川原5丁目34の13
⑯ 出 願 人 日本合成化学工業株式会社
大阪市北区野崎町9番6号

明 細 書

1 発明の名称

成形物の製造法

2 特許請求の範囲

1. 溶融成形可能なビニルアルコール系共重合体であってその融点より20℃高い温度に於けるモルトテンションが0.2g未満のものに該共重合体に対し0.02～2重量%の迅速反応型モルトテンション向上剤を配合して得られたモルトテンション0.2～2gの組成物を溶融成形することを特徴とする成形物の製造法。
2. 成形物が繊維である特許請求の範囲第1項記載の方法。
3. 迅速反応型モルトテンション向上剤がホウ酸又はその塩である特許請求の範囲第1項記載の方法。
4. 温度150～270℃にて溶融成形する特許請求の範囲第1項記載の方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は溶融成形の際の吐出体のよじれやサージングを防止し、これにより強度の向上、糸切れの防止、延伸性の向上を図り、もって品質のすぐれた繊維その他の成形物を取得する方法に関するものである。

ポリビニルアルコールはそのままでは溶融成形は不可能であるが、これを不飽和スルホン酸又はその塩や α -オレフィンで共重合変性すると溶融成形することができるようになる。かくして得られた繊維その他の成形物は吸汗性、帯電防止性、耐油性、耐溶剤性、半透膜性等の特質を有するので、その実用性が期待されている。又かかるビニルアルコール系共重合体をたとえばポリエステル、ナイロン、ポリプロピレンなどの疎水性熱可塑性樹脂と共に押出せば興味ある複合繊維が得られる。

しかしながら上記溶融成形可能なビニルアルコール系共重合体を溶融成形する際には、ノズルから吐出された溶融体が第1図のAの如くよじれるという現象が見られる。この現象は多くの樹脂の

溶融成形に際して見られるものであるが、ビニルアルコール系共重合体の場合にはその程度が大きいようである。そしてこのよじれ現象は曳糸性を低下させ糸切れを起す原因となりやすい。よじれ現象があると未延伸系の織度ムラを生じ、延伸性にも悪影響を与え、ひいては延伸系の強度、耐沸水性の点にも不利を与える。このよじれ現象は膜状物の溶融成形の場合にも見られ、スクエリング、ネックイン、蛇行など溶融製膜性の低下の原因となる。製膜の場合のサージングはダイリップ部において溶融樹脂の吐出挙動が、紡糸時のよじれ現象と同様にその断面から見ると第1図の場合と類似の挙動を示すのである。

しかるに本発明者らはトラブル発生の原因となる溶融成形時のよじれ現象を解消すべく鋭意研究を重ねた結果、原料樹脂として溶融成形可能なビニルアルコール系共重合体であってその融点より20℃高い温度におけるメルトテンションが0.2g未満のものを選り、この共重合体にその0.02～2重量%の量の迅速反応型メルトテンション向

上剤を配合してそのメルトテンションを0.2～2gに高めた組成物を得、この組成物を溶融成形に供するときは、ダイ吐出時の溶融体はよじれ現象が著しく小さくなること、これにより曳糸性が向上して糸切れが減少し、延伸性も顕著に向上すること、又溶融製膜時のトラブルも解消することを見出し、本発明を完成するに至った。

本発明における溶融成形可能なビニルアルコール系共重合体としてはエチレンスルホン酸、アリルスルホン酸、メタアリルスルホン酸などの不飽和スルホン酸又はその塩、エチレン、プロピレン、α-ブテン、α-ヘキセン、α-オクテン、α-デセン、α-ドデセン、α-オクタデセン、α-エイコセンなど炭素数2～30又はそれ以上のα-オレフィンで共重合変性されたビニルアルコール系共重合体があげられる。この共重合体は上記の如きモノマーを酢酸ビニル、その他のビニルエステルと共重合し、ついでビニルエステル成分をケン化することによって取得される。

共重合体中の変性成分の含量は不飽和スルホン

酸又はその塩の場合で0.5～20モル%、なかんずく1～10モル%、α-オレフィンの場合も同様に0.5～20モル%、なかんずく1～10モル%の範囲から選ぶのがよい。ただしα-オレフィンがエチレンの場合は10～60モル%の範囲から選ばれる。変性成分の含量がこの範囲より少ないときは溶融成形自体ができないか、短時間の溶融成形はできても長時間の溶融成形ができないため、実用性を欠き、一方この範囲より多いときは重合度が極端に減少して成形物の機械的強度が劣るようになるか、エチレンで変性した場合の如くられる成形物の帯電防止性、吸汗性、耐油性、気体遮断性などの特質が損なわれるようになる。

又ビニルエステル成分のケン化度は高ければ高いほど好ましく、90モル%以上、さらには95モル%以上とすべきである。90モル%未満では得られる成形物の機械的強度が不足する。

上記組成を有するビニルアルコール系共重合体であっても、本発明の目的にはそのメルトテンションが一定以下の特性値を持つもののみが用いら

れる。ポリマーのメルトテンションは測定温度によって種々の値をとりうるので、本発明で言うメルトテンションとはポリマーの融点より20℃高い温度における測定値であると定義する。具体的測定法を第2図に示す。1はASTM-D1258に準ずる加熱シリンダー、2は直径2mm、長さ8mmのオリフィスである。シリンダー内に試料ポリマーを充填して一定時間加熱し、ロードセル3に荷重をかけてピストン4を下降させれば、オリフィス2からポリマー溶融体が吐出される。この溶融体をストレンゲージ付ブリー5、ブリー6を経てロール7で引張ることによりメルトテンションが測定できる。測定条件は

加熱時間 設定温度で5分間

押出速度 0.373 cm/min

エアーギャップ(オリフィス2からストレンゲージ付ブリー5までの距離)

25 mm

引取速度 500 mm/min

雰囲気温度 20℃

フルスケール ロードセル 10kg
ストレンゲージ 5g

であるとする。

本発明の構成及びその効果の特異性を第3図を参照して以下に説明する。

本発明においては第3図Aの如くメルトテンション0.2g未満の原料ビニルアルコール系共重合体にその0.02~2重量%の量の迅速反応型メルトテンション向上剤を配合することにより、配合後の組成物のメルトテンションが0.2~2gになるように調整する。即ち原料樹脂としてメルトテンションが0.2g未満のものをを用いること、それを迅速反応型メルトテンション向上剤配合によりメルトテンション0.2~2gにまで高めることを必須とする。一般に市販されているビニルアルコール系共重合体は第3図B₁、B₂の如くメルトテンションが0.2g以上にある。たとえば0.3g、0.4gなどである。しかしこのような一般市販のビニルアルコール系共重合体をそのまま溶融成形に供してもノズルから吐出した溶融樹脂によじれ現象が見られる。では故意に第3図Cの如くメルトテンションの小さい樹脂を製造し、溶融成形に供したらどうなるであろうか。この場合は吐出時のよじれ現象は一層激

しくなり、紡糸にあっては糸切れ、製膜にあってはネックイン、蛇行が著しくなり到底安定した溶融成形ができなくなる。次にメルトテンションが0.2g以上の一般のビニルアルコール系共重合体に迅速反応型メルトテンション向上剤を配合したケースを考えてみる。第3図のDがこれに相当し、特公昭49-20615号公報にも関連技術が示されているが、この場合は機械強度は向上するものの、紡糸時のよじれ防止、製膜時のサージング防止の点ではそれほどの効果は見られない。しかるに本発明においては原料ビニルアルコール系共重合体として故意にメルトテンション0.2g未満のものをを用い、それを迅速反応型メルトテンション向上剤により0.2~2gにまで高めるという独自の方法を採用することによって、よじれ防止、サージング防止の点で顕著な効果を奏しえたのである。以上述べた第3図A~Dのケースにおいて本願発明に相当するAのケースのみが卓効を奏する理由については明らかではないが、たとえ同じメルトテンションを有しても効果に種々の差があるのは

溶融樹脂のコンフォメーションの差などに基づくのではないと思われる。

ここで迅速反応型メルトテンション向上剤とは、これをビニルアルコール系共重合体に配合して該共重合体の融点より20℃高い温度にまで加熱したとき、その温度に5分間保ったときのメルトテンションが同温度に10分間保ったときのメルトテンションの80%以上、好ましくは90%以上のものを言う。即ち滞留時間5分以内で事実上一定値に達するようなものを言う。このような迅速反応型メルトテンション向上剤としてはホウ酸又はその塩が典型的なものとしてあげられる。ホウ酸塩とはホウ砂、無水ホウ砂、或いはナトリウム塩以外のホウ酸塩を言う。一般に架橋剤として知られている特開昭50-45848号公報に例示の如き多官能性エポキシ化合物、多価カルボン酸、多価イソシアネート、尿素化合物、アルデヒド、有機過酸化物などは、メルトテンションを上げうるものもあるが、迅速反応型とは到底言いがたく、滞留時間を相当長くとってもメルトテンションは

容易に一定とならず、しかも滞留時間を相当長くすると今度はメルトテンションが急激に下がるといふ現象を起すこともあって、安定した成形をすることができない。

迅速反応型メルトテンション向上剤の配合の仕方としては、ビニルアルコール系共重合体粒子に向上剤を粉体で或いは水又はアルコール、エステルなどの溶媒に溶解又は分散させて添加、混合する方法、共重合体のスラリーに向上剤を添加して攪拌し、ついで脱液、乾燥することにより付着させる方法、ビニルアルコール系共重合体の製造工程における適当な段階で向上剤を添加する方法など任意の方法が採用される。もし熱安定性向上のため共重合体を酸で処理するときは、その酸処理の前又は後に向上剤を添加するか、酸処理と同時に向上剤添加を行なうことができる。配合後の組成物はできればペレット化後使用することが望ましい。このペレット化における高温短時間の溶融混練でメルトテンションの向上はほぼ完全に達成されている。ペレット化前の組成物でもメルトテ

ンションは滞留時間を5分として測定するので、マルチテンションが充分向上した測定値が得られる。

迅速反応型マルチテンション向上剤の配合量は先にも述べた如くビニルアルコール系共重合体に対し0.02～2重量%の範囲から選ばれる。その配合量が0.02重量%未満では改質効果が不足し、一方その配合量が2重量%を越えるときはマルチテンションが余りに高くなって、紡糸にあっては糸切れのためドラフト率を上げることができず、そのため細デニールでしかも強力、ヤング率の高い繊維を得ることができず、製膜にあっては膜切れやひび割れの原因となることがある。

配合後の組成物のマルチテンションは0.2～2gの範囲になるように条件を選ぶべきであり、その値が0.2g未満では改質効果が不足し、一方その値が2gを越えるときは紡糸にあっては糸切れのためドラフト率を上げることができず、製膜にあっては膜切れやひび割れの原因となることがある。

着剤を用いて一体化したり、加熱加圧により一体化したり、他の樹脂を溶融被覆したりして複合化を図ってもよい。

溶融成形により得られた成形物は必要に応じ延伸に供される。延伸に際しては成形物の含水率を増加するため吸水又は吸湿処理することもあるが、このような処理を施さずにそのまま延伸に供する方が工程上、装置上は有利である。延伸温度、延伸倍率は繊維の場合で融点より20～2℃低い温度、2～12倍とすることが多い。薄膜の場合は一軸延伸の場合で融点より40～2℃低い温度、1.1～1.2倍、二軸延伸の場合で40～2℃低い温度、2～50倍とすることが多い。上記組成物と他の熱可塑性樹脂とよりなる複合繊維や多層薄膜にあっては、上記組成物単独の成形物の場合よりも著しく延伸が円滑になるという興味ある事実がある。

延伸後の成形物は熱処理ないし熱固定をすることにより寸法変化を防ぐことが必要に応じてなされる。

溶融成形法としては押出成形法、射出成形法、圧縮成形法など任意の方法が採用されるが、押出成形法が本発明の目的には最も有用である。押出成形法としては繊維、異型断面繊維製造のための溶融紡糸法、モノフィラメント押出法のほか、棒、管、異型断面長尺物押出法、T-ダイ、環状ダイ等によるテープ、薄膜、シート押出法、ブロー成形法、溶融被覆法などがあげられる。

本発明においては、迅速反応型マルチテンション向上剤を配合したビニルアルコール系共重合体はそれ単独で上記の如き溶融成形に供してもよいが、他の熱可塑性樹脂と多層構造化してもよい。多層構造化手段としてはバイメタル型、芯-鞘型、偏芯芯鞘型などの複合紡糸法、T-ダイや環状ダイにより2層又は3層以上の多層薄膜又は多層容器を得る共押出法、プラスチック成形物、複合成形物、紙、金属箔、金属線条、織布、不織布、網紐、などに上記樹脂組成物を溶融被覆する方法など任意の方法が採用される。又上記組成物の単独組成物や多層構造物に他の薄膜、金属箔などを接

次に実施例をあげて本発明の方法をさらに説明する。以下「g」とあるのは特にことわりのない限り重量基準で表わしたものである。

なみ融点は、差動走査熱量計によって昇温速度20℃/minにて求められる温度-比熱曲線の結晶融解ピーク温度をもって融点とした。

マルチテンションは、先にも述べたように、ポリマーの融点より20℃高い温度における測定値である。なお基準となる融点は樹脂に迅速反応型マルチテンション向上剤を配合しても1～2℃程度しか変化しない。

実施例1

原料樹脂

α-ドデセン含量4.5モル%、酢酸ビニル成分のケン化度98.8モル%のα-ドデセン-酢酸ビニル共重合体ケン化物粒子で、密度1.20、融点209℃、マルチテンション0.13gのもの。

組成物

上記原料樹脂粒子に無水ホウ砂の1%水溶液をスプレーし、これをヘンシエルミキサーで混合後乾燥し、

ついて温度240℃にて押出し、ペレット化したもので、無水ホウ砂の配合量が0.15%、メルトテンションが0.40gのもの。なおこのペレットの融点は208℃であり、原料樹脂の融点とほとんど差はない。

熔融紡糸条件

押出機	20mm径押出機
ノズル形状	径0.5mm、長さ1.5mm、孔数24
シリンダー部温度	240℃
ノズル部温度	260℃
吐出量	18.8g/min
巻取速度	500m/min

上記条件により紡糸を行ない、下記の未延伸糸を得た。

未延伸糸

線度	340デニール/24フィラメント
複屈折率(Δn)	0.013

この未延伸糸を用いて下記条件で延撚を行なった。

延撚条件

延撚機	加熱ピン式延撚機
-----	----------

実施例1で用いた原料樹脂

組成物

上記原料樹脂粒子に実施例1で述べた方法で無水ホウ砂を配合した無水ホウ砂の配合量が0.015%、メルトテンションが0.16gのもの。なおこのペレットの融点は207℃であった。

上記組成物を用いて実施例1と同様の条件で紡糸を行ない(ただし吐出量は18.3g/minとした)、未延伸糸を得た。未延伸糸の線度は330デニール/24フィラメント、複屈折率は0.012であった。ついてこの未延伸糸を用いて実施例1と同様の条件で延撚及び熱水浴処理を行なった。

対照例3

原料樹脂

実施例1の原料樹脂と同じα-ドデセン含量、ケン化度を有するα-ドデセン-酢酸ビニル共重合体ケン化物であって、密度1.20、融点208℃、メルトテンション0.38gのもの。

上記原料樹脂を用いて実施例1と同様の条件で紡糸を行ない(ただし吐出量は18.6g/minとした)、

加熱ピン温度	150℃
延伸倍率	5倍
熱処理温度	200℃
熱処理時間	5秒
延伸取速度	200m/min

かくして得られた延伸糸を温度90℃の熱水浴中に無緊張状態で20分間浸漬する熱水浴処理を行なった。

以上における紡糸時の曳糸性、延伸性、延伸糸物性、熱水浴処理後の糸の物性を第1表に示す。

対照例1

実施例1で用いた原料樹脂を用いて実施例1と同様の条件で紡糸を行ない(ただし吐出量は18.0g/minとした)、未延伸糸を得た。未延伸糸の線度は320デニール/24フィラメント、複屈折率は0.011であった。ついてこの未延伸糸を用いて実施例1と同様の条件で延撚及び熱水浴処理を行なった。

対照例2

原料樹脂

未延伸糸を得た。未延伸糸の線度は340デニール/24フィラメント、複屈折率は0.013であった。ついてこの未延伸糸を用いて実施例1と同様の条件で延撚及び熱水浴処理を行なった。

実施例2

原料樹脂

α-ヘキサデセン含量7.5モル%、酢酸ビニル成分のケン化度98.5モル%のα-ヘキサデセン-酢酸ビニル共重合体ケン化物の粒子で、密度1.21、融点187℃、メルトテンション0.18gのもの。

組成物

上記原料樹脂粒子にホウ砂の1% (結晶水を計算に含めないものとする) 水溶液をスプレーし、これをヘンシエルミキサーで混合後乾燥し、ついて温度230℃にて押出し、ペレット化したもので、ホウ砂の配合量が0.20%、メルトテンションが0.60gのもの。なおこのペレットの融点は185℃であった。

熔融紡糸条件

シリンダー部温度	230℃
ノズル部温度	250℃

第 1 表

吐 出 量 18.6 g/min

他の紡糸条件は実施例1と同じ

上記条件により紡糸を行ない、線度330デニール/
24フィラメント、複屈折率0.010の未延伸糸を得
た。

延 伸 条 件

加熱ビン温度 145℃

延伸倍率 4倍

熱処理温度 190℃

熱処理時間 5秒

他の延伸条件は実施例1と同じ

かくして得られた延伸糸を実施例1と同様にし
て熱水浴処理を行なった。

以上対照例1～3、実施例2の結果を第1表に
合せて示す

	実施例1	対照例1	対照例2	対照例3	実施例2
吐出時のよじれ現象 糸切れ (回/60分)	0.2mm以下 0	2.3mm よじれ 10	2.0mm よじれ 6	0.3~0.6mm よじれ 1	0.2mm 以下 0
延伸性 糸切れ (回/60分)	0	26	10	2	0
線 度 (g/4)	5.8	4.2	4.4	5.6	4.9
伸 度 (%)	30	17	20	26	36
ヤング率 (kg/cm ²)	880	770	790	840	700
衝撃強度 (g-cm/g)	0.78	0.66	0.66	0.75	0.60
熱水浴処理後の物性					
線 度 (g/4)	3.7	2.5	2.5	3.4	3.0
伸 度 (%)	38	26	26	32	57
ヤング率 (kg/cm ²)	570	260	290	540	250
衝撃強度 (g-cm/g)	1.3	0.88	0.96	1.0	0.88

2分間
15mm

例 吐出時のよじれ現象は、第1図に→L←で示した
間隙 (mm) で判定した。

実施例3

原料樹脂

エチレンスルホン酸ソーダ含量3.5モル%、酢酸ビ
ニル成分のケン化度9.9.6モル%のエチレンスルホン
酸ソーダー酢酸ビニル共重合体ケン化物粒子で、密度
1.22、融点200℃、メルトテンション0.08gのもの。

組 成 物

上記原料樹脂に無水ホウ砂を添加し、押出し、ペレ
ット化したもので、無水ホウ砂の配合量が0.20%、
融点199℃、メルトテンション0.35gのもの。

紡糸条件

シリンダー部温度 230℃

ノズル部温度 240℃

吐 出 量 16.5 g/min

他の条件は実施例1と同じ

上記条件により紡糸を行ない、線度300デニール/
24フィラメント、複屈折率0.017の未延伸を得た。
この未延伸糸を用いて下記条件で延伸を行なった。

延 伸 条 件

加熱ビン温度 180℃

延伸倍率 3倍

熱処理温度 200℃

熱処理時間 5秒

他の条件は実施例1と同じ

結果を第2表に示す。

対照例4

実施例3の原料樹脂を用いて実施例3と同様の
条件で紡糸を行ない（ただし吐出量は16.0g/min
とした）、未延伸糸を得た。未延伸の線度は290
デニール/24フィラメント、複屈折率は0.014
であった。ついでこの未延伸糸を用いて実施例3
と同様の条件で延伸を行なったが、延伸操作中の
糸切れがひんばつし、円滑な延伸は到底なしえな
かった。

対照例5

実施例3の原料樹脂に無水ホウ砂を添加し、押
出し、ペレット化することにより、無水ホウ砂の

配合量が0.04%、融点200℃、メルトテンション0.15gのペレットを得た。

このペレットを用いて実施例3と同様の条件で紡糸を行ない（ただし吐出量を16.3g/minとした）、未延伸糸を得た。未延伸糸の繊度は290デニール/24フィラメント、複屈折率は0.015であった。ついでこの未延伸糸を用いて実施例3と同様の条件で延撚を行なった。

実施例4

原料樹脂

アリルスルホン酸ソーダ含量2.1モル%、酢酸ビニル成分のケン化度99.6モル%のアリルスルホン酸ソーダ-酢酸ビニル共重合体ケン化物粒子で、密度1.22、融点214℃、メルトテンション0.11gのもの。

組成物

上記原料樹脂にホウ酸を添加し、これをヘンシェルミキサーで混合後乾燥し、ついで温度250℃で押出し、ペレット化したもので、ホウ酸の含量が0.18%、融点213℃、メルトテンション0.36gのもの。

実施例5

原料樹脂

エチレン含量28モル%、酢酸ビニル成分のケン化度99.6モル%のエチレン-酢酸ビニル共重合体ケン化物粒子であって、密度1.21、融点188℃、メルトテンション0.15gのもの。

組成物

上記原料樹脂に無水ホウ砂を添加し、押出し、ペレット化したもので、無水ホウ砂の配合量が0.25%、融点186℃、メルトテンション0.80gのもの。

熔融紡糸条件

シリンダー部温度 230℃
ノズル部温度 260℃
吐出量 17.5g/min
巻取速度 430m/min

他の条件は実施例1と同じ。

上記条件により紡糸を行ない、繊度360デニール/24フィラメント、複屈折率0.015の未延伸糸を得た。この未延伸糸を用いて下記条件で延撚を行ない、

特開 55-72103の

上記組成を用いて実施例3と同様の条件で紡糸を行ない（ただし吐出量を16.2g/minとした）、未延伸糸を得た。未延伸糸の繊度は290デニール/24フィラメント、複屈折率は0.014であった。ついでこの未延伸糸を用いて実施例3と同様の条件で延撚を行なった。

以上対照例4～5、実施例4の結果を第2表に合せて示す。

第2表

	実施例3	対照例4	対照例5	実施例4
紡糸性				
吐出時のよじれ現象	0.2mm以下	2.5mmよじれ	1.4mmよじれ	0.4mm
糸切れ(回/60分)	0	50以上	15	0
延撚性				
糸切れ(回/60分)	0	100以上	29	1
延伸糸の物性		延伸不可		
繊度(g/d)	3.7		3.0	3.4
伸度(%)	6.6		5.2	8.0
ヤング率(Kg/cm ²)	770		730	760
衝撃強度(P-m/g)	0.64		0.52	0.65

その後延伸糸を温度98℃の沸水浴中に無緊張状態で30分間浸漬する沸騰水浴処理を行なった。

延撚条件

加熱ビン温度 145℃
延伸倍率 6.0倍
熱処理温度 165℃
熱処理時間 3秒
他の条件は実施例1と同じ

結果を第3表に示す。

対照例6

実施例5の原料樹脂を用いて実施例5と同様の条件で紡糸を行ない（ただし吐出量は16.3g/minとした）、未延伸糸を得た。未延伸糸の繊度は340デニール/24フィラメント、複屈折率は0.014であった。ついでこの未延伸糸を用いて実施例5と同様の条件で延撚及び沸騰水浴浸漬を行なった。

対照例7

原料樹脂

エチレン含量28モル%、ケン化度99.1モル%の

第 3 表

エチレン-酢酸ビニル共重合体ケン化物粒子であって、密度1.21、融点186℃、メルトテンション0.53Pのもの。

上記原料樹脂を用いて実施例5と同様の条件で紡糸を行ない(ただし吐出量は16.0g/minとした)、未延伸糸を得た。未延伸糸の線度は330デニール/24フィラメント、複屈折率は0.015であった。ついでこの未延伸糸を用いて実施例5と同様の条件で延伸及び沸騰水浴処理を行なった。

以上対照例6~7の結果を第3表に合せて示す。

		実施例5	対照例6	対照例7
紡糸性	吐出時のよじれ現象	0.2mm以下	2.0mmよじれ	0.4~0.6mmよじれ
	糸切れ(回/60分)	0	6	1
延伸性	糸切れ(回/60分)	0	18	3
	線 度 (g/d)	7.1	5.9	6.8
延伸糸の物性	伸 度 (%)	120	100	120
	ヤング率 (kg/cm ²)	1250	1100	1200
	衝撃強度 (g-cm/g)	1.15	0.75	1.05
沸騰水浴処理後の物性	線 度 (g/d)	5.1	3.2	4.6
	伸 度 (%)	160	105	123
	ヤング率 (kg/cm ²)	500	360	410
	衝撃強度 (g-cm/g)	1.8	0.6	0.9

実施例6

組 成 物

実施例1のα-ドデセン-酢酸ビニル共重合体ケン化物と無水ホウ砂よりなる組成物。

溶融製膜条件

押 出 機	T-ダイを備えた40mm径押出機
シリンダー温度	240℃
ダイ温度	230℃
ダイ有効巾	300mm
エアギャップ	120mm
冷却ロール	水冷
引取速度	15m/min

上記条件により製膜を行ない、厚み29μの薄膜を得た。結果を第4表に示す。

対照例8

対照例1の原料樹脂を用いて実施例6と同様の条件で溶融製膜を行なった。

対照例9

対照例3の原料樹脂を用いて実施例6と同様の条件で溶融製膜を行なった。

対照例8~9の結果を第4表に合せて示す。

第 4 表

	実施例6	対照例8	対照例9
吐出時のよじれ現象	0.2mm以下	1.2mmよじれ	0.4~0.6mmよじれ
ネックイン性 (mm)	48	96	59
衝撃圧 (kg/cm ²)	69	52	60
延伸性 (mm)	7	77	28
膜厚安定性 (μ)	4.0	7.2	5.5
スウェリング現象	なし	大	ややあり

④

ネックイン性は、(ダイ巾-フィルム巾)/2で算出した。

延伸性は、薄膜の最大巾と最小巾との差で判定した。

膜厚安定性は、薄膜の縦方向5mの膜厚を連続測定し、最大値と最小値の差で示した。

スウェリング現象とは、ダイリップより樹脂が均一に流出せず、膜厚として厚薄のムラが周期的又は不連続的に発生する現象を言う。

実施例 7

原料樹脂

エチレン含量 33 モル%、酢酸ビニル成分のケン化度 98.5 モル%のエチレン-酢酸ビニル共重合体ケン化物粒子であって、密度 1.18、融点 180℃、メルトテンション 0.10 g のもの。

組成物

上記原料樹脂にホウ砂を添加し、押出し、ペレット化したもので、ホウ砂の配合量(結晶水を除く計算で)が 0.30%、融点 178℃、メルトテンション 1.1 g のもの。

上記組成物を用いて実施例 6 と同様の条件で溶融製膜を行ない(ただしシリンダー温度は 230℃、ダイ温度は 210℃とした)、厚み 28 μ の薄膜を得た。結果を第 5 表に示す。

対照例 10

実施例 7 の原料樹脂を用いて実施例 7 と同様の条件で溶融製膜を行なった。

対照例 11

原料樹脂

エチレン含量 33 モル%、酢酸ビニル成分のケン化度 98.7 モル%のエチレン-酢酸ビニル共重合体ケン化物粒子であって、密度 1.18、融点 181℃、メルトテンション 0.82 g のもの。

上記原料樹脂を用いて実施例 7 と同様の条件で溶融製膜を行なった。

対照例 10 ~ 11 の結果を第 5 表に合せて示す。

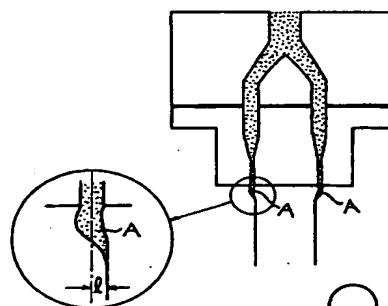
第 5 表

	実施例 7	対照例 10	対照例 11
吐出時のよじれ現象	0.2mm以下	1.8mm以下	0.2~0.4mm以下
ネッチイン性(mm)	46	105	59
樹脂圧(MPa)	73	45	65
蛇行性(mm)	6	80	24
膜厚安定性(μ)	4.2	8.1	5.6
スウェーピング現象	なし	大	ややあり

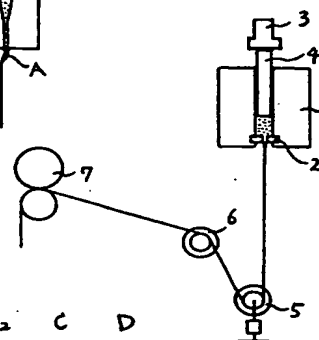
4 図面の簡単な説明

第 1 図はノズル吐出時の溶融体のよじれ現象を示した説明図、第 2 図はメルトテンションの測定法を示した説明図、第 3 図は本発明の構成と効果を説明するためのモデル図である。

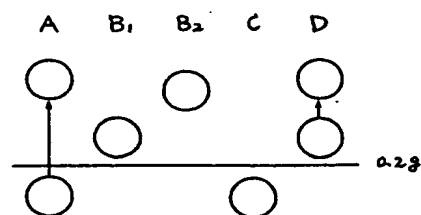
第 1 図



第 2 図



第 3 図



特許出願人 日本合成化学工業株式会社

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和53年特許願第83162号(特開昭55-12108号,昭和55年1月28日発行公開特許公報55-122号掲載)については特許法第17条の2の規定による補正があったので下記のとおり掲載する。3(3)

Int.Cl.	識別記号	庁内整理番号
C08L 29/04		6946-4J
C08K 3/38		6681-4J
// D01F 6/14		6791-4L

手続補正

昭和60年4月30日

特許庁長官 志賀 学 殿



1. 事件の表示
昭和53年特許願第83162号
2. 発明の名称
成形物の製造法
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
住 所 大阪市北区野崎町9番6号(郵便番号530)
名 称 (410)日本合成化学工業株式会社
代 表 者 野 田 勝 哉
4. 補正の対象
明細書の発明の詳細な説明の欄
5. 補正の内容
明細書の第21頁下から2行目「未延伸」を「未延伸糸」と補正する。



上